

[文章编号] 1004-0609(2002)06-1143-06

等温热处理工艺对 AZ91D 镁合金半固态组织演变和成形性的影响^①

李元东, 郝远, 陈体军, 阎峰云
(甘肃工业大学材料科学与工程学院, 兰州 730050)

[摘要] 研究了等温热处理温度和保温时间等工艺参数对 AZ91D 镁合金半固态组织演变和成形性的影响。结果表明, 半固态等温热处理可以将普通金属型铸造的 AZ91D 镁合金锭中的枝晶组织转变为球形晶粒组织, 其演变过程为: 在升温过程中晶界处部分 γ 相先发生溶解, 随着温度的升高, 剩余的 γ 相开始熔化, 继而 δ 相也发生熔化, 并在等温处理中逐渐演变为球状; 保温温度越高, 半固态重熔和 δ 相演变过程越快, 保温温度过高或保温时间过长, 试样易发生变形, 同时, 球状晶粒也容易趋于长大。AZ91D 镁合金半固态成形所需的最佳工艺条件为加热温度 570 °C 左右, 保温时间 25~35 min; 或加热温度 580 °C 左右, 保温时间 15~20 min。

[关键词] 镁合金; 半固态等温热处理; 组织演变; 半固态成形

[中图分类号] TG 146.22; TG 292

[文献标识码] A

过去镁合金作为结构材料主要用于航空领域, 20 世纪 90 年代以来, 镁合金在汽车、计算机、通讯和电子设备上得到越来越多的应用, 这些镁合金制品绝大部分是压铸件^[1-3]。传统的压铸使镁合金液以高速的紊流和弥散状态充填压铸型腔, 使型腔内的气体在高压下或者溶解在压铸合金内, 或者形成许多弥散分布在压铸件内的高压微气孔。这些高压下溶解的气体和微气孔在高温下的析出和膨胀导致铸件变形和表面鼓泡。因此用传统压铸方法生产的镁合金压铸件, 与其它合金的压铸件一样, 不能进行热处理强化, 也不能在较高温度下使用。为了消除这种缺陷, 提高压铸件的内在质量, 近年来研究开发出半固态金属成形技术^[4, 5]。半固态成形具有充型平稳、无金属喷溅、金属液氧化损失少、节能、操作安全、减少铸件内孔洞类缺陷等优点, 与普通压铸件高达 2.5%~3.0% 的平均孔隙率相比, 半固态压铸件的孔隙率仅为 0.4%~1.8%。

半固态成形(触变成形)包括 3 个技术环节: 非枝晶组织锭料的制备、二次加热和触变成形, 其中非枝晶组织锭料的制备是半固态成形技术的基础与关键^[6, 7]。半固态等温热处理省略了半固态非枝晶锭料制备的步骤, 其工艺过程简单、成本低廉。本文作者研究了半固态等温热处理过程中, 等温热处理温度和保温时间等工艺条件对 AZ91D 镁合金半

固态组织演变和成形性的影响。

1 实验方法

所用合金为商用 AZ91D 镁合金, 其成分为: Al 18.3%~9.7%, Zn 0.35%~1.0%, Mn 0.15%~0.5%, Si 0.1%, Cu 0.03%, Ni 0.002%, Fe 0.005%, 其它 0.02%, 余量为 Mg。其液相线温度为 596 °C, 固相线为 468 °C, 开始熔化温度为 421 °C。半固态成形所要求的固相率一般为 40%~60%, 对应的温度区间为 580~560 °C^[8, 9]。不同温度下的固相率与温度的关系如图 1 所示。因此热处理温度选为 560, 570, 580 °C; 等温时间取 0, 10, 30, 60, 90 min。在 4.5 kW 井式电阻炉中进行熔化, 浇注温度 800 °C, 在金属型中浇注成 $d12\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ 的圆锭, 金属型预热 150~200 °C, 其组织见图 2, 初生相 δ 相(白亮色)以树枝晶形态存在, 晶间组织为 $\delta+\gamma$ 共晶体。取样进行热处理, 放入已升温至设定温度的管式炉中, 测温热电偶与试样表面接触, 以减小测温误差, 误差为 $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 。当试样升至设定温度时开始计时, 到达设定时间后取出试样水淬, 制成金相试样, 用 4% HNO_3 水溶液腐蚀, 在 MEF-3 金相显微镜上观察组织变化。成形实验在 1 000 kN 压力试验机上进行, 模具预热至 300 °C, 试样在炉内达到设定温度和时间后, 用顶杆推入模具型腔内, 然后进行挤压成形。

① [基金项目] 甘肃省中青年科技基金储备资助项目(YS-011-A22-009)及甘肃工业大学优秀青年教师培养计划资助项目
[收稿日期] 2002-01-05; [修订日期] 2002-03-20 [作者简介] 李元东(1971-), 男, 博士研究生。

2 结果与分析

2.1 半固态等温热处理中的组织演变

不同加热温度与保温时间下 AZ91D 镁合金的

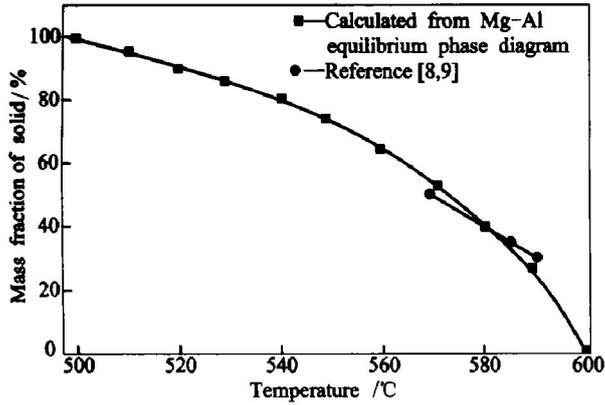


图 1 固相率随温度的变化

Fig. 1 Mass fraction of solid vs temperature

微观组织如图 3~ 5 所示。

当 AZ91D 镁合金试样在炉内达到设定温度 560 °C 时, 枝晶臂形貌逐步消失, 形成大块状晶粒, 且只有晶界上的共晶体发生重熔。这是由于在升温

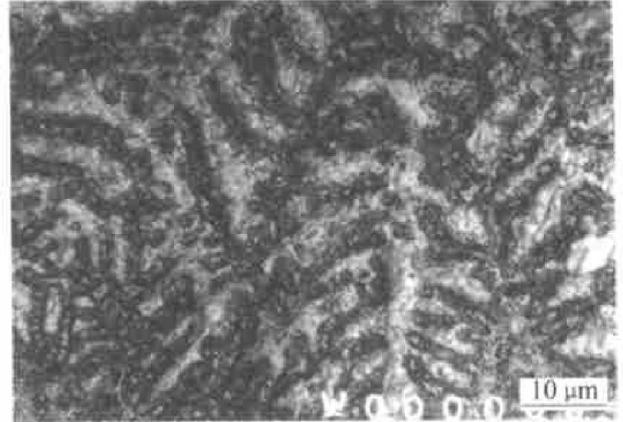


图 2 AZ91D 镁合金的铸造组织

Fig. 2 As-cast microstructure of AZ91D magnesium alloy

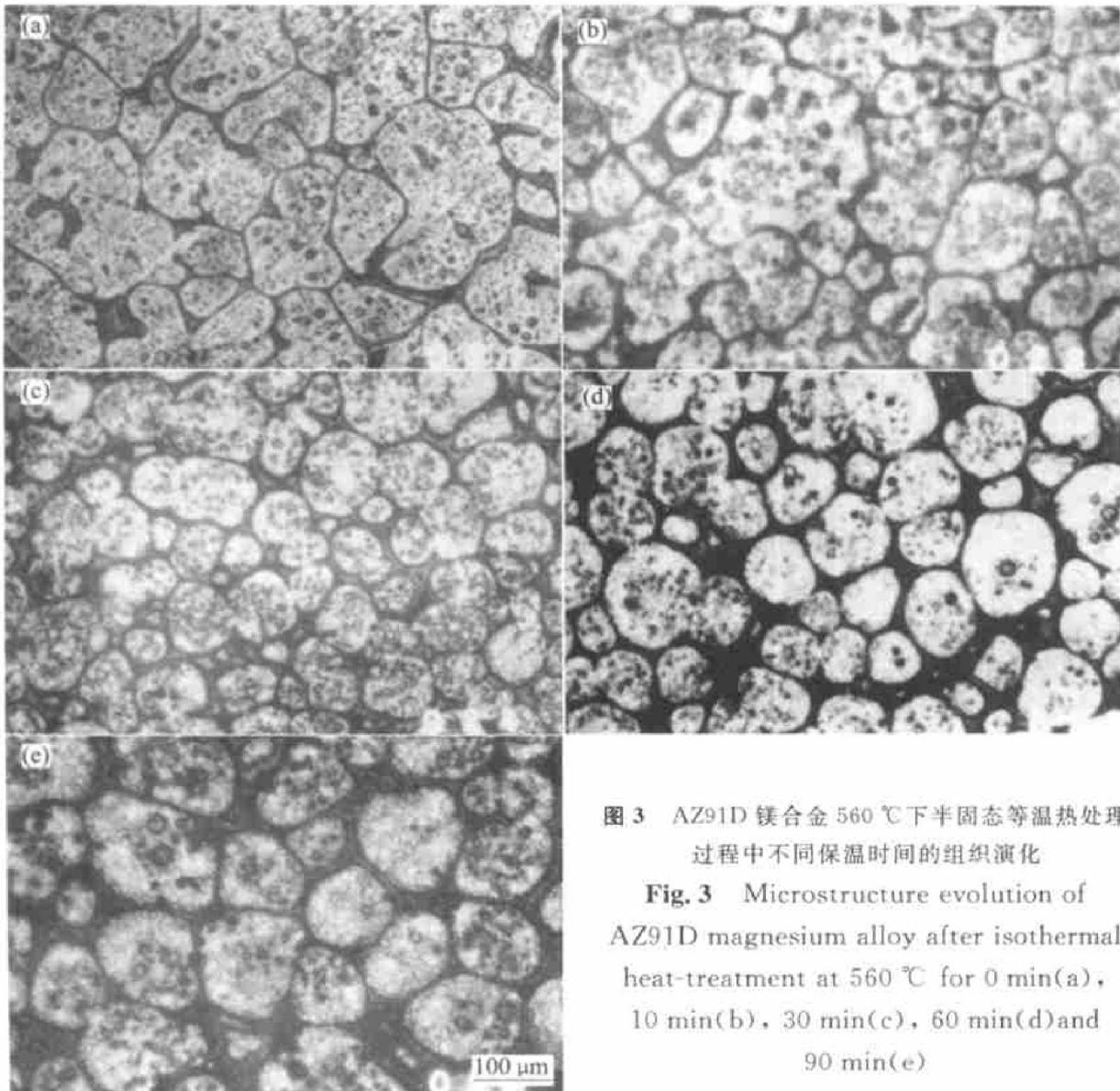


图 3 AZ91D 镁合金 560 °C 下半固态等温热处理过程中不同保温时间的组织演化

Fig. 3 Microstructure evolution of AZ91D magnesium alloy after isothermal heat-treatment at 560 °C for 0 min(a), 10 min(b), 30 min(c), 60 min(d) and 90 min(e)

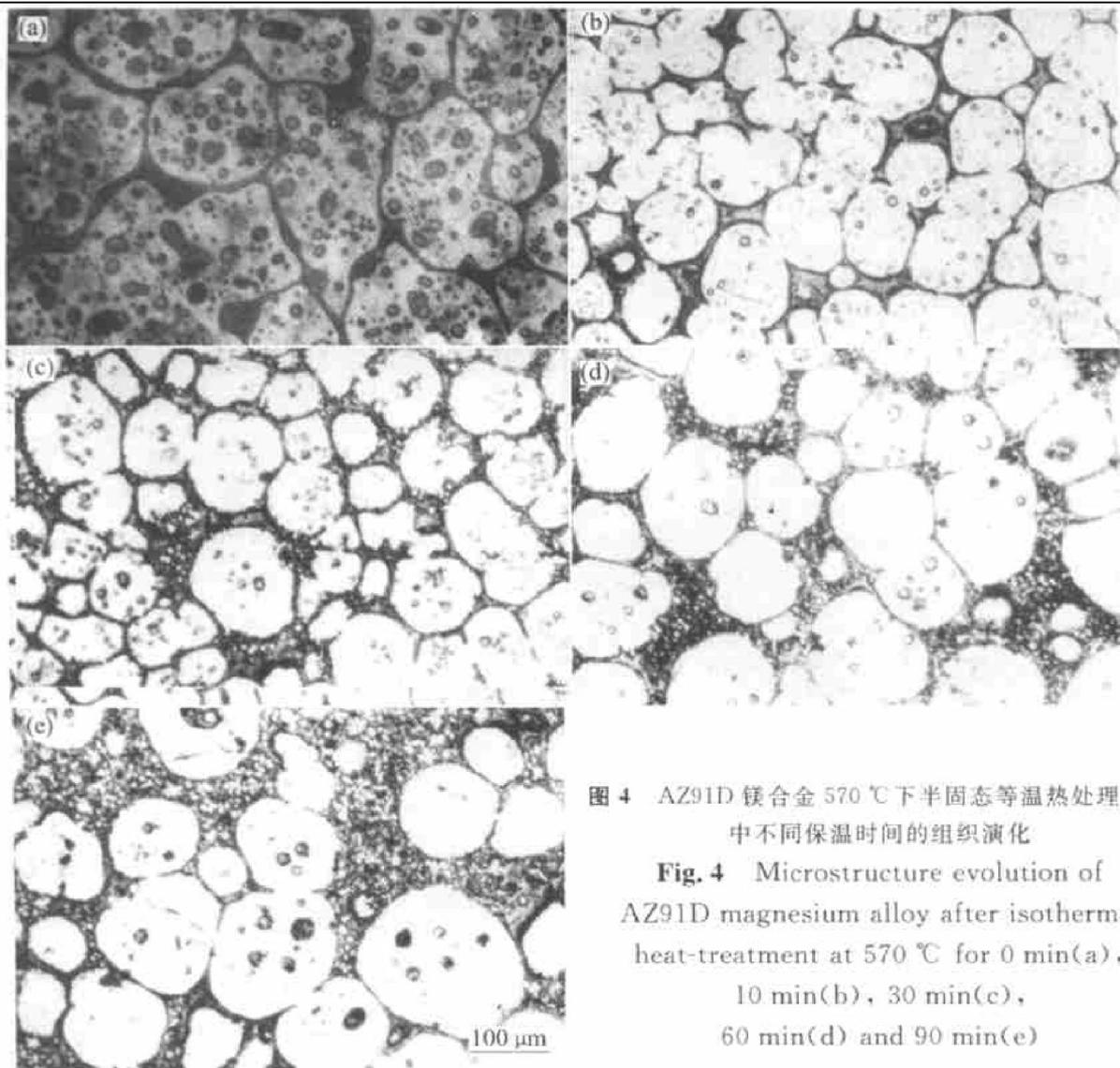


图4 AZ91D 镁合金 570 °C 下半固态等温热处理过程中不同保温时间的组织演化

Fig. 4 Microstructure evolution of AZ91D magnesium alloy after isothermal heat-treatment at 570 °C for 0 min(a), 10 min(b), 30 min(c), 60 min(d) and 90 min(e)

过程中: 1) 在一个晶粒内部, 由于温度的升高, 使成分均匀化及固溶度提高; 2) 枝晶臂之间的曲率不同, 造成树枝晶臂附近溶质浓度的差别, 枝晶曲率半径越小, 附近溶质浓度越低, 这样, 两个枝晶臂(一次枝晶臂与二次枝晶臂或二次枝晶臂之间)之间建立起一个扩散偶, 溶质浓度梯度的存在将促使溶质从粗枝处向细枝处扩散, 造成细枝熔化或溶解, 甚至从细枝根部熔断; 3) 在先前的凝固过程中, 低熔点的相后凝固而存在于枝晶间或晶粒之间, 熔化时这些组织首先发生熔化。保温10min时, 由于温度高于固相线不多, 加热时间短, 组织对温度、时间的响应滞后, 因此与0 min 相比变化不明显。当保温时间达到30 min 后, 温度、时间的响应滞后消失, 液相比比例增多, 已熔化的共晶液相渗入晶界内, 使得小晶粒分离, 并球状化^[10~12], 晶粒平均尺寸为80 μm; 同时发生晶粒的合并长大, 即晶粒的熔化分离与合并长大同时存在, 只是处于动态的分离与合并中^[13]。达到90min后, 晶

粒明显粗化, 达100 μm 以上。

当AZ91D 镁合金试样在炉内达到设定温度570 °C时, 合金组织已发生明显变化, 晶界上的共晶组织已基本熔化完, 并且在晶粒内部有液相析出。在进一步的保温过程中, 由于界面能的作用使晶粒再次被破碎分离, 如图4(b)所示。继续分离到达30 min 时晶粒尺寸最小, 达到65 μm。然后随着保温时间的延长, 晶粒尺寸明显增大。

当炉内温度设定在580 °C时, 由于温度较高, 此时固相率仅为40%左右(如图1所示), 从开始熔化到580 °C一直处于升温熔化过程中, 后凝固的枝晶组织在此先熔化, 因此, 得到的组织形状各异且不规整。保温10 min 时, 晶粒尺寸为67 μm, 而在随后的保温过程中, 晶粒尺寸逐渐增大。

从保温时间对在半固态等温热处理中AZ91D 镁合金组织的影响来看(如图6), 无论温度为多高(560~580 °C), 保温时间小于30 min 时, 主要为熔化分离, 且保温时间相同(10min)时, 温度越高

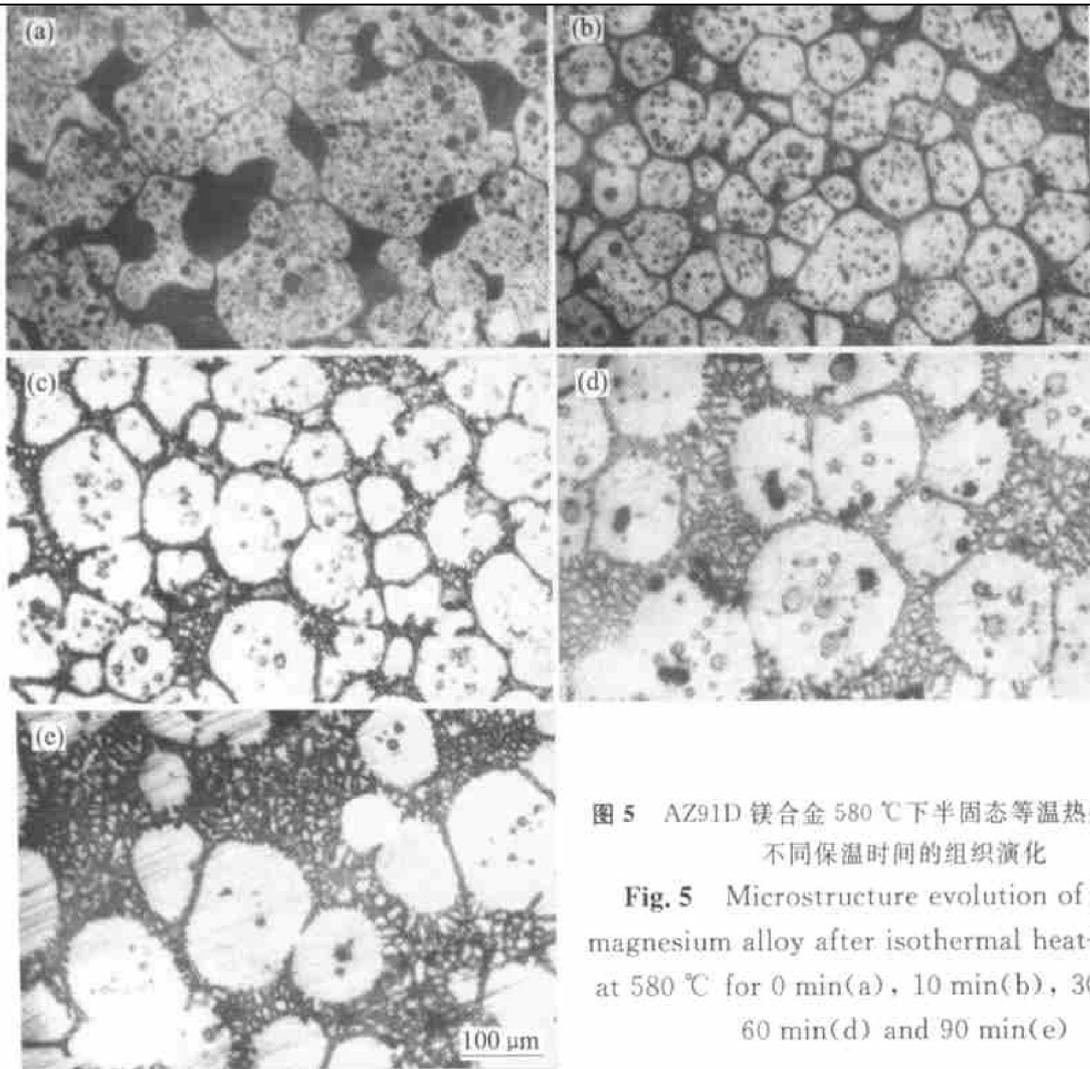


图 5 AZ91D 镁合金 580 °C 下半固态等温热处理过程中不同保温时间的组织演化

Fig. 5 Microstructure evolution of AZ91D magnesium alloy after isothermal heat-treatment at 580 °C for 0 min(a), 10 min(b), 30 min(c), 60 min(d) and 90 min(e)

晶粒尺寸越小，即熔化分离速度越快。30 min 以后合并长大逐渐成为主流，特别是 60 min 以后，固相率越高，合并长大的趋势越明显。这种长大的趋势一方面是由于 Ostwald 熟化^[14]，即大晶粒长大，小晶粒重熔；另一面是由于如此高的固相率(达到 40%~60%)，合并长大机理^[14]是在所难免的(如图 7 中所示的 A 和 B)。粗化过程随着保温时间的延长，还将继续进行。

2.2 AZ91D 镁合金触变成形

半固态等温热处理制备的非枝晶组织最终是为了有利于成形，为了检验半固态非枝晶锭料是否适合于半固态加工，用自行设计的模具进行了挤压成形。当炉内温度设定在 570 °C，试样保温 30 min 时，挤压成形过程中半固态浆料可以充满模具，具有良好的成形性，如图 8 所示。如果缩短保温时间到 20 min 以下，则由于温度、时间对组织的响应滞后，试样内部温度分布不均匀，固相晶粒之间的相对滑动受到阻碍，流动性不好，不能成形出完整的零件。当保温时间达到 45 min 以上时，试样变形相当严重，而不能将其全部推入模具型腔内，使得成

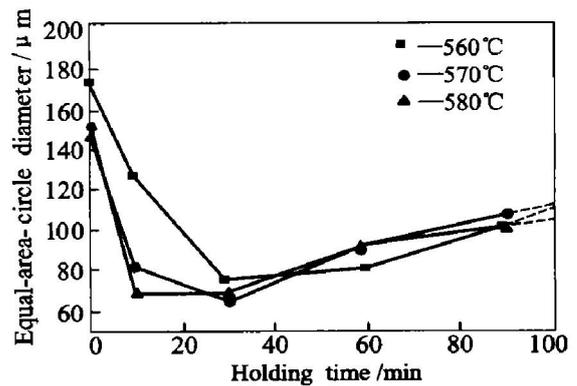


图 6 不同温度下 AZ91D 镁合金晶粒平均等面积圆直径与保温时间的关系

Fig. 6 Relations between grains equal area circle diameters of AZ91D magnesium alloy and holding time

形所需的料不足，因而成形出的零件也不完整。当加热到 580 °C，保温 20 min 时，也可以成形出轮廓完整的零件。而保温时间少于 10 min 时，同样不能成形出完整的零件。保温时间超过 25 min 时，则使得锭料变形，不能将其推入模具型腔内。另外也尝试了在 560 °C 半固态等温热处理后的成形性，无论

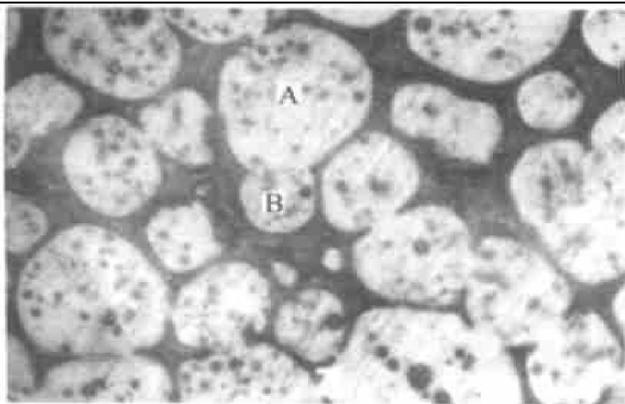


图7 晶粒合并长大
Fig. 7 Coalescence of grains

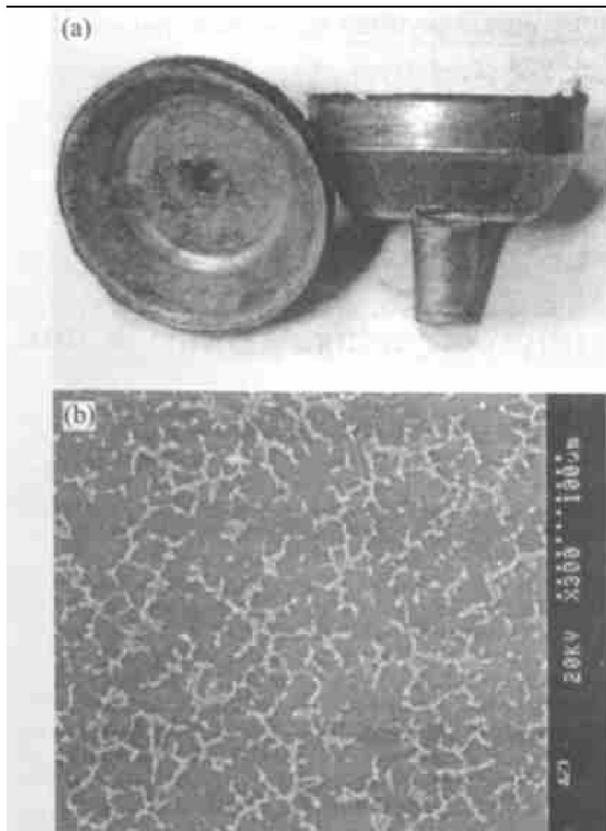


图8 AZ91D 镁合金挤压成形件及其组织
Fig. 8 Forming products and microstructure of AZ91D magnesium alloy by semi-solid squeezing

保温时间多长, 都很难成形出完整的零件。

3 结论

1) 半固态等温热处理可以将普通金属型铸造的 AZ91D 镁合金锭中的枝晶组织转变为球形晶粒组织。其演变过程为: 在升温过程中晶界处部分 γ 相先发生溶解, 随着温度的升高, 剩余的 γ 相开始熔化, 继而 δ 相也发生熔化, 并在等温处理中逐渐

演变为球状。

2) 半固态等温热处理中, 在相同的保温温度下, 随着保温时间的延长, AZ91D 镁合金组织先熔化分离, 然后固相晶粒长大。但两种机制并存于整个半固态区的保温过程中。

3) 半固态等温热处理中, 在相同的保温时间下, 温度越高, 半固态重熔和 δ 相演变过程越快, 温度过高或保温时间过长, 试样易发生变形。

4) 半固态等温热处理中, 组织长大存在两种机制, 即 Ostwald 熟化理论和合并长大机理。

5) AZ91D 镁合金半固态成形所需的最佳工艺条件是加热温度 570 °C 左右, 保温时间 25~35 min, 或加热温度 580 °C 左右, 保温时间 15~20 min。

[REFERENCES]

- [1] Polmear I J. Magnesium alloys and application [J]. Materials Science and Technology, 1994, 10(1): 1 - 16.
- [2] Mordike M L, Ebert T. Magnesium properties-applications-potential [J]. Materials Science and Engineering, 2001, A302: 37 - 45.
- [3] 曾荣昌, 柯伟, 徐永波, 等. Mg 合金的最新发展及应用前景 [J], 金属学报, 2001, 37(7): 673 - 685.
ZENG Rongchang, KE Wei, XU Yongbo, et al. Recent development and application of magnesium alloys [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2001, 37(7): 673 - 685.
- [4] 汪之清. 国外镁合金压铸技术的发展 [J]. 铸造, 1997 (8): 23 - 27.
WANG Zhiqing. Foreign development of die cast magnesium alloys [J]. Foundry, 1997(8): 23 - 27.
- [5] Nussbaum A I. Semi-solid forming of aluminum and magnesium [J]. Light Metal Age, 1996(6): 6 - 22.
- [6] Flemings M C. Behavior of metal alloys in the semisolid state [J]. Metall Trans A, 1991, 22A(5): 957 - 981.
- [7] 路贵民, 董杰, 崔建忠, 等. 液相线半连续铸造 7075Al 合金二次加热与触变成形 [J]. 金属学报, 2001, 37(11): 1185 - 1188.
LU Guimin, DONG Jie, CUI Jianzhong, et al. Study on the reheating and thixoforming of 7075 aluminum alloy cast by liquidus semi-continuous casting [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2001, 37(11): 1185 - 1188.
- [8] Shigeharu K, Akira Y, Takahisa H, et al. Effects of stirring conditions on structure and apparent viscosity of semi-solid AZ91D magnesium alloy [J]. Journal of Japan Institute of Light Metals, (in Japanese), 1992, 42(12): 734 - 740.
- [9] Akira Y, Shinji M, Shigeharu K, et al. Structure, fluid-

- ity and mechanical property of semi-solid AZ91D magnesium alloy fabricated by pressure casting[J]. Journal of Japan Institute of Light Metals, (in Japanese), 1994, 44(1): 9-15.
- [10] Hardy S C, Voorhees P W. Ostwald ripening in a system with a high volume fraction of coarsening phase[J]. Metall Trans, 1988, 19A(11): 2713-2721.
- [11] CHEN T rjun, MA Ying, HAO Yuan, et al. Structural evolution of ZA27 alloy during semi-solid isothermal heat treatment[J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2001, 11(1): 98-102.
- [12] 谢 辉, 许丽君, 袁中岳, 等. 预变形及液固两相区等温处理对 ZA27 合金铸态组织的影响[J]. 中国有色金属学报, 2001, 11(1): 47-50.
- XIE Hui, XU L rjun, YUAN Zhong-yue, et al. Effects of pre-deforming and isothermal treatment on structural granular transformation of as-cast ZA27 alloy [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2001, 11(1): 47-50.
- [13] 李元东, 郝 远, 闫峰云, 等. AZ91D 镁合金在半固态等温热处理中的组织演变[J]. 中国有色金属学报, 2001, 11(4): 571-575.
- LI Yuan-dong, HAO Yuan, YAN Feng-yun, et al. Structural evolution of AZ91D magnesium alloy during semi-solid isothermal heat treatment [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2001, 11(4): 571-575.
- [14] Wang J L, Su Y H, Tsao C Y A. Structural evolution of conventional cast dendritic and spray-cast non-dendritic structures during isothermal holding in the semi-solid state[J]. Scripta Materialia, 1997, 37(12): 2003-2007.

Effects of isothermal heat-treatment on microstructure evolution and formability of AZ91D magnesium alloy in semi-solid state

LI Yuan-dong, HAO Yuan, CHEN T rjun, YAN Feng-yun

(College of Materials Science and Engineering, Gansu University of Technology, Lanzhou 730050, China)

[Abstract] The effects of isothermal temperature and holding time on microstructure evolution and forming of AZ91D magnesium alloy in semi-solid state were studied. The results show that the semi-solid isothermal heat-treatment can turn the dendritic structure of AZ91D magnesium alloy by permanent mould cast into spheroids. The process is as following: during the increasing of temperature, the partial γ phase at grain interface of eutectic structure is dissolved first; then with the further increasing of temperature, the residual γ phase and the δ phase begin to remelt successively and the δ phase gradually evolves into spheroidal shape during the holding. The higher the isothermal temperature, the faster the semi-solid remelting of samples and the δ phase evolution process. When the isothermal temperature is much higher or the holding time is much longer, the samples are susceptible to deformation. And the spheroidal structure is also susceptible to grow up. The best semi-solid structure for semi-solid-forming can be obtained at about 570 °C and the holding time about 30~45 min, or about 580 °C and the holding time about 15~25 min.

[Key words] magnesium alloy; semi-solid isothermal heat-treatment; microstructure evolution; semi-solid forming

(编辑 袁赛前)